

## 【短報】

# 金属類の水道水質検査方法の妥当性評価について

徳島県立保健製薬環境センター

工内 輝実

Validation of Analytical Method of Metals in Tap Water

Terumi KUNOUCHI

Tokushima Prefectural Public Health, Pharmaceutical and Environmental Sciences Center

## 要 旨

水道水の水質基準 11 項目、水質管理目標設定項目 3 項目及び要検討項目 1 項目の金属類 15 項目の誘導結合プラズマ質量分析装置による一斉分析法について、厚生労働省の「水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン」に基づく妥当性評価を行った結果、いずれも目標を満たしていた。

**Key words :** 妥当性評価 validation , 金属類 metals , 一斉分析法 simultaneous analytical method  
ICP-MS Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry

## I はじめに

水道水の水道法第4条に基づく水質基準は、「水質基準に関する省令（厚生労働省令第101号）」<sup>1)</sup>により現在51項目について定められており、水道事業者等には遵守義務及び検査義務が課せられている<sup>2)</sup>。また、その検査方法については、「水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法（厚生労働省告示第261号）」<sup>3)</sup>において定められている。

前回、妥当性評価の報告後<sup>4)</sup>、装置を更新したため、今回、水質基準11項目（Cd, Se, Pb, As, Cr<sup>6+</sup>, B, Zn, Al, Fe, Cu及びMn）、水質管理目標項目3項目（Sb, U及びNi）及び要検討項目1項目（Mo）について、金属類の標準検査方法である誘導結合プラズマ質量分析装置（以下「ICP-MS」という。）による一斉分析法を用いて、水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン<sup>5)</sup>（以下「ガイドライン」という。）に基づく妥当性評価を実施したので、その結果を報告する。

## II 方法

### 1 試料

水道水

### 2 試薬

金属混合標準液は、SPEC社のXSTC-760D（Fe : 30 mg/L, B, Al, Cu及びZn : 10 mg/L, Mo : 7 mg/L, Mn : 5 mg/L, Cr : 2 mg/L, As, Ni, Pb及びSe : 1 mg/L, Cd : 0.3 mg/L, Sb及びU : 0.2 mg/Lを含む。）を用いた。内部標準原液は、関東化学(株)製のBe, Y, In及びTl標準原液（各1000 mg/L）を、硝酸1.42は、関東化学(株)製（Ultrapur-100）を使用した。

精製水は、MilliQ-Advantage A10（メルク(株)製）で製造した超純水を使用した。

### 3 標準溶液の調製

標準溶液は金属混合標準液を精製水に添加し、表1の濃度となるように調製した。

混合内部標準液はBe, Y, In及びTl標準原液を精製水に添加し、表2の濃度となるように調製した。

表1 標準溶液濃度

検査対象物	濃度範囲（濃度点）（ $\mu\text{g/L}$ ）
B, Al, Cu, Zn	5, 10, 20, 50, 100
Cr	1, 2, 4, 10, 20
Mn	2.5, 5, 10, 25, 50
Fe	15, 30, 60, 150, 300
Mo	3.5, 7, 14, 35, 70
Ni, As, Se, Pb	0.5, 1, 2, 5, 10
Cd	0.15, 0.3, 0.6, 1.5, 3
Sb, U	0.1, 0.2, 0.4, 1, 2

表2 混合内部標準液濃度

内部標準物質	Be	Y	In	Tl
濃度(mg/L)	2.0	0.25	0.25	0.25

表3 ICP-MS分析条件

装置：ICP-MS 7800（Agilent Technologies社製）
キャリアガス：Ar
コリジョンリアクションガス：He, H <sub>2</sub>
反射電力：<20 W
入射電力：700～1600 W

#### 4 試料溶液の調製

妥当性評価用の試料溶液は、試料に金属混合標準液を添加して、B, Al, Cu及びZnが0.005 mg/L, Crが0.001 mg/L, Mnが0.0025 mg/L, Feが0.015 mg/L, Moが0.0035 mg/L, Ni, As, Se及びPbが0.0005 mg/L, Cdが0.00015 mg/L, Sb及びUが0.0001 mg/Lとなるように調製した。

次に前処理として、ポリプロピレン製分解チューブに試料を50 mL分取し、硝酸1.42を0.5 mL添加し、ドライブロックバスを用いて100°C前後で静かに2時間加熱した。放冷後に精製水を加えて50 mLとした。

#### 5 装置及び測定条件

装置はICP-MS 7800（Agilent Technologies社製）を使用した。ICP-MS分析条件を表3に、検査対象物及び内部標準物質の測定質量数を表4に示す。混合内部標準液は、装置で自動添加し

表4 検査対象物及び内部標準物質の測定質量数

検査対象物	質量数	内部標準物質	質量数
B	11	Be	9
Al	27	Y	89
Cr	52		
Mn	55		
Fe	56		
Ni	60		
Cu	63		
Zn	66		
As	75		
Se	78		
Mo	95		
Cd	111	In	115
Sb	121	Tl	205
Pb	208		
U	238		

た。

検量線の評価は3 併行、1 日間での測定を、添加試料の評価は5 併行、1 日間での測定を行った。

### III 結果及び考察

ガイドラインにおける目標を表5に、妥当性評価結果を表6に示す。検量線、添加試料ともに真度、併行精度、キャリアオーバー、選択性においてガイドラインの目標を満たしていることを確認した。

### IV まとめ

水質基準11項目（Cd, Se, Pb, As, Cr<sup>6+</sup>, B, Zn, Al, Fe, Cu及びMn）、水質管理目標項目3項目（Sb, U及びNi）及び要検討項目1項目（Mo）について、ICP-MSによる一斉分析法を用いて妥当性評価を行った。検量線及び添加試料について評価した結果、いずれもガイドラインの目標を満たしていた。

表5 ガイドラインにおける目標

#### ・検量線

キャリアオーバー	真度 (%)	併行精度 (RSD%)
検量線の濃度範囲の下限値未満	80～120	≤ 10

#### ・添加試料

選択性	真度 (%)	併行精度 (RSD%)
妨害ピークがないこと	70～130	≤ 10

表6 妥当性評価結果

検査対象物	検量線			添加試料			
	キャリア オーバー	真度 (%)	併行精度 (RSD%)	選択性	真度 (%)	併行精度 (RSD%)	定量下限 (mg/L)
B	下限値未満	99.2-101.9	0.7-2.6	妨害ピーク無し	102.3	6.3	0.005
Al	下限値未満	99.4-100.9	1.2-3.7	妨害ピーク無し	95.5	6.5	0.005
Cr	下限値未満	99.7-100.4	0.1-1.3	妨害ピーク無し	90.2	1.7	0.001
Mn	下限値未満	99.3-102.4	0.5-1.4	妨害ピーク無し	101.2	1.1	0.0025
Fe	下限値未満	92.9-102.1	0.2-5.9	妨害ピーク無し	94.3	2.3	0.015
Ni	下限値未満	97.7-102.4	0.5-1.8	妨害ピーク無し	91.8	1.6	0.0005
Cu	下限値未満	96.7-105.2	0.4-1.9	妨害ピーク無し	94.4	1.3	0.005
Zn	下限値未満	98.2-107.1	0.7-1.1	妨害ピーク無し	103.3	1.3	0.005
As	下限値未満	99.4-101.7	0.2-0.8	妨害ピーク無し	103.5	1.4	0.0005
Se	下限値未満	98.1-101.3	1.8-6.0	妨害ピーク無し	99.0	4.2	0.0005
Mo	下限値未満	96.5-113.6	0.2-1.8	妨害ピーク無し	115.2	0.6	0.0035
Cd	下限値未満	99.1-101.1	0.3-2.1	妨害ピーク無し	99.6	1.4	0.00015
Sb	下限値未満	98.9-104.8	0.9-4.7	妨害ピーク無し	102.7	5.8	0.0001
Pb	下限値未満	99.7-100.8	0.7-1.7	妨害ピーク無し	97.3	1.4	0.0005
U	下限値未満	99.5-101.3	0.6-1.2	妨害ピーク無し	100.6	0.9	0.0001

#### 参考文献

- 1) 厚生労働省令第101号：水質基準に関する省令，平成15年5月30日（2003）
- 2) 厚生労働省告示第261号：水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法，平成15年7月22日（2003）
- 3) 厚生労働省通知：水質基準に関する省令の制定及び水道施行規則の一部改正等並びに水道水質管理における留意事項について，平成15年10月10日，健水発第1010001号（2003）
- 4) 村田 武史：ICP-MS による水道水中の重金属等一斉分析法の妥当性評価，徳島県立保健製薬環境センター年報，**5**，47-49（2015）
- 5) 厚生労働省：水道水質検査方法の妥当性評価ガイドラインについて，平成24年9月6日，健水発第1018第1号（2012）